

**JP 50-7571****Separating propylene oxide and water****Patent Assignee: ATLANTIC RICHFIELD CO****Patent Family**

| Patent Number | Kind | Date     | Application Number | Kind | Date | Week   | Type |
|---------------|------|----------|--------------------|------|------|--------|------|
| BE 748426     | A    |          |                    |      |      | 197040 | B    |
| NL 7004750    | A    |          |                    |      |      | 197041 |      |
| DE 2015602    | A    |          |                    |      |      | 197042 |      |
| FR 2038241    | A    |          |                    |      |      | 197112 |      |
| US 3607669    | A    |          |                    |      |      | 197142 |      |
| GB 1253943    | A    |          |                    |      |      | 197145 |      |
| JP 75007571   | B    | 19750327 |                    |      |      | 197517 |      |
| DE 2015602    | B    | 19771013 |                    |      |      | 197742 |      |

**Priority Applications (Number Kind Date): US 69813727 A ( 19690404)****Abstract:**

BE 748426 A.

Separating propylene oxide and water The process comprises: (a) distillation of a charge of the title mixt. in the present of 8-12C paraffin, e.g. octane in sufficient quantity to separate the oxide and H<sub>2</sub>O, (esp. 5-40 pts. by wt. of paraffin per. pt. oxide in the charge), and (b) recovering major part of oxide and paraffin as a tail fraction (I) and most of H<sub>2</sub>O as a first fraction; I can be subjected to further sepn. in order to remove the paraffin which is recycled to the column.

Derwent World Patents Index

© 2006 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 736727

① Int. Cl.<sup>2</sup> ② 日本分類 ③ 日本国特許庁 ④ 特許出願公告  
 C 07 D 301/32 16 B 421 昭50-7571  
 C 07 D 303/04

特許公報 ⑤ 公告 昭和50年(1975)3月27日  
 発明の数 1  
 (全 3 頁)

1

2

## ④ 酸化プロピレンを水から分離する方法

⑥ 特願 昭45-28966

⑦ 出願 昭45(1970)4月4日

優先権主張 ⑧ 1969年4月4日 ⑨ アメリカ 5  
国⑩ 813727⑩ 発明者 ジョン・エスター・ジャビン・  
ジュニア  
アメリカ合衆国ペンシルベニア州  
ウォーリング・フォード・フィル 10  
デス・レーン⑪ 出願人 アトランティック・リツチフィー  
ルド・カンパニー  
アメリカ合衆国ニューヨーク州  
ニューヨーク・ファイフ・アベニ 15  
ュ717ヨーニング・グラス・ビ  
ルディング内

⑫ 代理人 弁理士 猪股清 外2名

## 発明の詳細な説明

本発明は水から酸化プロピレンを分離する方法に関するものである。

酸化プロピレンは高度に吸湿性であるので、その水による汚染が酸化プロピレンの製造および貯蔵において重大な問題となつてゐる。プロピレンのエポキシ化において、反応生成物の中に水の汚染分が見出される。酸化プロピレンが重合反応に用いられるばあい、水の存在がこの重合に干渉する。沸点の差違のため(酸化プロピレン=35°C)、従来の技術においては蒸留法を用い、酸化プロピレンをオーバーヘッドとして取り出し、水をボトムとして除去していた。この技術における1つの問題は、この蒸留において工業的に望ましい圧力(すなわち30~40 psia)において水と酸化プロピレンが共沸混合物を生じることである。したがつて、はるかに低い圧力(約20 psia)の蒸留塔で操作して、共沸混合物の形成に近づくことさ

えもさけなければならない。このような低圧では、凝縮費用および反応塔費用が高くなる。圧力が20 psia よりもはるかに低いばあいには、これらの費用は禁止的となる。

本発明によつて、蒸留剤として非環式バラフィンを蒸留工程に加えることによつてひろい圧力範囲にわたつて非常に能率的な分離が行なわれるということが発見された。このバラフィンは、酸化プロピレンの揮発性に対して、水の揮発性を変え、効果的な分離を可能とする。さらにまた、このバラフィンは高圧における水と酸化プロピレンとの共沸混合物の形成を妨げる。さらに、20 psia における通常の蒸留法においては7~10程度の還流対装置重量比が必要であるが、本発明の方においては、同じ圧力において必要な還流比は2~4に過ぎない。このように還流比が低いので製造費用が安くなり、また小型の装置を用いることができる。

本発明によれば、酸化プロピレンを水から分離する方法において、(a)酸化プロピレンと水の供給混合体を、8~12の炭素原子を有する非環式バラフィンの存在において蒸留し、前記バラフィンは酸化プロピレンを水から分離することができるのに充分な量で用いられるようとする段階と、(b)酸化プロピレンとバラフィンの大部分をボトムとして、また水の大部分をオーバーヘッドとして除去する段階とを含む方法が提供される。

このようにして、酸化プロピレンと水の混合体を、8~12の炭素原子を含む非環式バラフィンの存在において蒸留することによつて酸化プロピレンを水から分離する方法が提供される。バラフィンは酸化プロピレンを水から分離するのに充分な量存在する。酸化プロピレンとバラフィンはボトムとして除去され、水はオーバーヘッドとして取り出される。この型の分離法は、水が小量成分として存在する酸化プロピレンと水とのすべての単相混合体について用いることができる。また相分

(2)

特公 昭50-7571

3

離は、酸化プロピレン中の最大可溶度に対応する濃度で生じる。このような蒸留法は、水が混合体重量の約0.1～5重量%を占める酸化プロピレン／水混合体にもつとも適している。

前記のパラフィンは、飽和した、非環式炭化水素であつて8～12の炭素原子を含むものとすることができる。望むらくは、このパラフィンは8～10の炭素原子を含む。たとえば、オクタン、イソオクタン、ノナン、デカン、ウンデカン、ドデカン、を用いることができる。酸化プロピレンと共沸混合しないパラフィンを用いることが望ましい。この方法によつて、酸化プロピレンとパラフィンの困難な下流分離工程を除くことができる。

パラフィンが、水の有效沸点を酸化プロピレンの沸点以下少なくとも50℃まで下げる程度の量存在するばあいにもつとも良い分離が行なわれる。大抵の分離のばあい、酸化プロピレン重量1部あたり約5～約40重量部のパラフィン濃度で充分である。望むらくは、このパラフィン濃度は装置中の酸化プロピレン1部あたり10～30重量部の濃度範囲が望ましい。供給されるヘラフィンの重量比が約1.5であるばあいに工業規模の工程は非常によく行なわれた。この分離工程は通常の分離条件で行なうことができる。たとえば、約2.0～約3.0 psiaの範囲の圧力および約250下～約300下の温度範囲（いずれも蒸留塔の底部において測定されたもの）を用いることができる。この圧力範囲は、(1)オーバヘッドが適当な温度において、望むらくは、約100下において装置して冷却の必要がないよう(2)酸化プロピレンと水が反応して余分量のクリコールを形成しない程度に蒸留塔温度が低くなるように選ばれる。望むらくは、装置およびパラフィンは蒸留塔の頂点の近くから導入され、パラフィンは装置の上方から導入されるようとする。水ならびに酸化プロピレンの一部がオーバヘッドとして取り出され、その一部が蒸留塔に再循環させられて必要な環流を行なう。

オーバヘッドが水と酸化プロピレンから成るのであるから、酸化プロピレン中の水の最大可溶度をこえて分離水相が生じる温度に補助冷却することによつて還流効率を増大させることができる。

この分離水相を傾しやし、このようにして富化された酸化プロピレン流を蒸留塔に対する還流と

4

して用いることができる。還流中の水量は、またパラフィンをオーバヘッドの中に噴入することによつて減少することができる。この方法は、パラフィンを直接にオーバヘッドに對して加えるか、あるいはまた蒸留塔の中のパラフィンの一部をオーバヘッドから出させる方法によつて行なうことができる。パラフィンは酸化プロピレンによつて溶解され、疎水性であるから、混合体から水をある程度出すことになる。そこで分離した水流は傾しやされ、富化された酸化プロピレン部分が還流として用いられる。還流から水を取り除くために、前記のパラフィン噴入法と補助冷却法の両方を結合して用いることもできる。

またパラフィンの疎水性を利用して、水を装置物から除くことができる。すなわち蒸留塔に入る前にパラフィンの一部を装置物に加え分離された水相を沈殿させる装置物から傾しやさせることができる。

ボトムはパラフィンと大部分の酸化プロピレンを含んでいる。炭素原子6個および5個の炭化水素または軽成分のとき他の不純物が装置物中に存在する可能性がある。しかしながら、このような不純物が酸化プロピレンと水の分離に干渉しないかぎり、これらの不純物はオーバヘッドとして水とともに取り出し、あるいはまたボトムとして酸化プロピレンとともに除くことができる。ボトムはさらに分離工程を行なつて、パラフィンを酸化プロピレンから除く。つぎにこのパラフィンをカラムに措置させる。

以下本発明を例によつて説明するが、本発明はこの例にかぎられるものではない。

#### 例 1

酸化プロピレン／水混合体(0.42ポンドH<sub>2</sub>O/100井混合体を含む)を蒸留塔に装置する。この蒸留塔8.5の弁型蒸留タナ板を含んでいる。装置物は蒸気塔の頂上から23番目のタナ板に導入され、またこの蒸留塔はオーバヘッドにおいて194下、ボトムで264下および25 psigで作動した。オクタンはこれらのタナ板の上方に導入される。パラフィンと装置物の重量比は2.6である。この蒸留塔を、還流剤オーバヘッドの重量比1.7で作動した。還流対装置物の重量比は2.7であった。ボトムは酸化プロピレンとオクタンを含み、装置物1.00ポンドあたり0.02ポ

ント以下の水含有量を有する。オーバヘッドは、  
残部の水と、酸化プロピレンの一部(製入物  
100ポンドあたり15ポンドの酸化プロピレン)  
とを含んでいる。

前記のパラフィンは水の有効沸点を-30°F (-34°C)に下げた。酸化プロピレンの沸点は122°F (50°C)であつた。

溶剤を 1番上のタブ板に装入すると、この溶剤の一部がオーバヘッドとして出てきて、この溶剤をオーバヘッドから回収するために小さな補助的蒸留塔を必要とする。溶剤を蒸留塔のもつと下方（すなわち 1番上から 5番目ないし 10番目のタブ板）に導入することによってこのような工程をはるくことができる。

## ⑤特許請求の範囲

1 (a)酸化プロピレンと水とから成る装入混合体を、8～12の炭素原子を含む非環式ペラフainの存在において、前記ペラフainは水から酸化プロピレンを分離することのできる量用いるようにして蒸留する段階と、(b)酸化プロピレンの大部分とペラフainをボトムとして除去し水の大部分をオーバーヘッドとして除去する段階とを含む酸化プロピレンを水から分離する方法。

### ◎引用文献

|      |               |
|------|---------------|
| 米國特許 | 3 0 7 1 6 0 1 |
| 米國特許 | 3 3 3 7 4 2 5 |
| 米國特許 | 3 3 3 8 8 0 0 |
| 英國特許 | 1 0 5 9 6 6 9 |